

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

**ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ПОРОШКА И
ИЗДЕЛИЙ ИЗ БЕРИЛЛИЯ**

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 4 курса 4091 группы
направления 22.03.01 «Материаловедения и технологии материалов»,
профиль «Нанотехнологии, диагностика и синтез современных материалов»
института физики

Балалаевой Анастасии Денисовны

Научный руководитель,

д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С. Б. Вениг

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой,

д.ф.-м.н., профессор

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов 2023

Введение. Получение и применение металлических порошков в наши дни набирает большую популярность. Порошковая металлургия является одной из самых перспективных отраслей в производстве. Благодаря этой технологии можно производить изделия, которые обладают особыми свойствами. В последние десятилетия значимость порошковой металлургии существенно возрастает, так как на ее основе создаются и разрабатываются новые материалы с микрокристаллической, наноразмерной и аморфной структурой. Такая уникальная структура материалов позволяет повысить физические и технические свойства.

Бериллий – стратегический металл, необходимый для ядерной и аэрокосмической промышленности и используемый в производстве телекоммуникационного оборудования. В настоящее время имеющиеся потребности России в бериллии удовлетворяются за счет импорта. Продукция проектной компании сможет покрыть весь отечественный спрос, что позволит обеспечить 100% выполнение государственных заказов и коммерческих поставок для всех отраслей промышленности в России, в том числе для космической отрасли в рамках Федеральной космической программы, гражданской и военной авиации, развивающегося автомобилестроения, телекоммуникационной отрасли.

Сложность производства и токсичность металла обусловили то, что масштабное производство бериллия из рудного сырья действует только в трех странах: США, Китае и Казахстане. Высокие технологии получения порошка бериллия начинаются с получения сырья [1].

Порошковая металлургия занимается изготовлением металлических порошков и разнообразных изделий из них. Характерной особенностью порошковой металлургии как промышленного метода изготовления различного рода материалов является применение исходного сырья в виде порошков, которые затем прессуются (формуется) в изделия заданных размеров и подвергаются термической обработке (спеканию), проводимой при температурах ниже температуры плавления основного компонента шихты.

В настоящее время возрастает интерес к металлам высоких технологий, производство которых в стране недостаточно или вообще отсутствует. Так как применение бериллия не имеет альтернативы в важнейших стратегических отраслях промышленности и наукоемких разработках для атомной и термоядерной энергетики, авиакосмической техники, телекоммуникации, компьютерной техники, в производстве сплавов композитных материалов для нужд электротехнической и нефтегазовой промышленности. В связи с этим нужно продолжать развивать бериллиевое производство, начиная со стадии добычи и переработки руды [2].

Данная дипломная работа посвящена проблемам приготовления порошков под горячую штамповку. Целью работы является повышение качества получаемого порошка и следственно заготовки, полученной методом горячего прессования при помощи получения порошков нужной фракции путем истирания стружки с помощью дискоистирателей.

Задачи, которые необходимо выполнить:

1. Анализ критической научной литературы;
2. Ознакомление и практическая работа с документацией и оборудованием на предприятии ФГУП «Базальт»;
3. Изучение метода получения порошка бериллия;
4. Получение нескольких партий готового порошка бериллия;
5. Проведение химического и гранулометрического анализа порошка, сравнение результатов.

Дипломная работа занимает 48 страниц, имеет 12 рисунков и 11 таблиц.

Обзор составлен по 26 информационным источникам.

Во введении рассматривается актуальность работы, устанавливается цель и выдвигаются задачи для достижения поставленной цели.

Первый раздел представляет собой теоретические сведения о бериллии, как материале.

Во втором и третьем разделах работы рассматриваются методы порошковой металлургии.

Четвертый и пятый разделы являются практической частью работы.

Основное содержание работы

1 Теоретические сведения о бериллии

Бериллий – легирующая добавка в медных, никелевых, железных и других сплавах. Кроме того, такие сплавы имеют хорошую электрическую проводимость, высокую прочность и сопротивление износу. Они не магнитны, устойчивы к коррозии и находят многочисленные области применения в движущихся частях двигателей самолетов, точных инструментах, управляющих реле и электронике.

Основными элементами технологии порошковой металлургии являются следующие:

- получение и подготовка порошков исходных материалов, которые могут представлять собой чистые металлы или сплавы, соединения металлов с неметаллами и различные другие химические соединения;
- прессование из подготовленной шихты изделий необходимой формы в специальных пресс-формах, т.е. формование будущего изделия;
- термическая обработка или спекание спрессованных изделий, придающее им окончательные физико-механические и другие специальные свойства [3].

В производственной или исследовательской практике иногда встречаются отклонения от этих типичных элементов технологии, например совмещение операций прессования и спекания, пропитка пористого брикета расплавленными металлами, дополнительная механическая и другая обработка спеченных изделий и пр. Однако основной принцип технологии – применение исходной порошковой шихты и спекание ниже температуры плавления основного элемента, образующего спеченное тело – остается неизменным [3].

Метод порошковой металлургии обладает рядом преимуществ:

- возможность изготовления материалов, содержащих наряду с металлическими составляющими и неметаллические, а также материалов и

изделий, состоящих из двух (биметаллы) или нескольких слоев различных металлов;

- возможность получения пористых материалов с контролируемой пористостью, чего нельзя достигнуть плавлением и литьем.

Бериллий (лат. Beryllium), Be, химический элемент II группы периодической системы, атомный номер 4, атомная масса 9,01218; относится к щелочноземельным металлам [4].

В химических соединениях бериллий двухвалентен. Потенциал ионизации бериллия равен 27,5 эВ, причем первый потенциал



составляет 9,32 эВ, а второй:



будет равен 18,21 эВ.

Химические свойства бериллия:

1. На воздухе покрывается оксидной пленкой;
2. Реагирует с разбавленными кислотами;
3. Не реагирует с водородом даже при нагреве, но легко образует соединения с углеродом, галогенами и серой;
4. Проявляет свойства как металлов, так и неметаллов – типичный аморфный металл;
5. Обладает высокой стойкостью против коррозии.

Металлический бериллий характеризуется высокой хрупкостью. Температура плавления 1278°C, температура кипения около 2470°C, плотность 1,816 кг/м³. До температуры 1277°C устойчив α-Be, при температурах, предшествующих плавлению металла (1277-1288°C) – β-Be с кубической решеткой [5].

По химическим свойствам бериллий ближе к алюминию и цинку и значительно отличается от магния. Это связано с малым ионным радиусом и

большой напряженностью поля катиона. Отсюда склонность бериллия к образованию ковалентных связей.

На воздухе бериллий, как и алюминий, покрыт оксидной пленкой, придающей бериллию матовый цвет. Наличие оксидной пленки предохраняет металл от дальнейшего разрушения и обуславливает его невысокую химическую активность при комнатной температуре.

2 Теоретические основы. Процесс получения бериллиевого порошка

Вакуумная плавка бериллия – эффективный метод очистки металла от примесей, в первую очередь от магния. В процессе плавки свободный магний, фторид бериллия испаряются, а нелетучие примеси. BeO , MgF_2 , Be_2C и оксид-карбонитриды в виде шлака всплывают на поверхность или оседают на стенках и дне тигеля. Очистка при вакуумной плавке основана на различии давления паров примесных элементов и бериллия. В реальных условиях на кинетику испарения примесей влияют: давление среды, эффективность отвода компонентов из паровой фазы, состояние поверхности расплава и интенсивность перемешивания расплава. Поэтому реальные параметры вакуумной рафинировочной плавки, как правило, определяются экспериментально [6].

В настоящее время слитки технического бериллия, получаемые после рафинировочной плавки, очищают от поверхностных загрязнений (оксид-карбонитридов) различными способами:

- очистка вращающимися механическими щетками;
- снятие поверхностного слоя (2-3 мм) на металлорежущих станках;
- удаление поверхностного слоя травлением в кислоте;
- удаление поверхностных включений гидроструйной обработкой.

Наиболее рациональным и экономичным является метод очистки поверхности слитков гидроструйной обработкой водой под высоким давлением.

Прочность и пластичность бериллиевых изделий, получаемых методом порошковой металлургии, регулируется главным образом величиной частиц

исходного порошка. Технология получения порошков включает переработку слитков в стружку на токарных станках или дробление их в крупку на гидравлическом прессе при условии предотвращения загрязнения стружки примесями из атмосферы или материалов оборудования. Все оборудование находится в специальных боксах, находящихся под разрежением, порошки на последующие операции поступают по герметичному транспорту. При резании бериллия, обладающего абразивными свойствами, используют инструмент вольфрама.

Для последующего дробления стружки и получения порошка применяют шаровой, стержневой или дисковый помол, ударное истирание, струйное измельчение и другие методы, которые обеспечивают ударное воздействие на частицы металла. При выборе метода получения порошка учитывают требования к размеру частиц и чистоте порошка.

3 Метод холодного изостатического прессования. Готовые изделия

Холодное изостатическое прессование чаще всего используется для предварительной формовки порошковых материалов перед дальнейшим спеканием. Существует два типа холодного изостатического прессования: жидкостное и сухое изостатическое прессование.

При жидкостном прессовании сосуд высокого давления заполняется жидкостью, и резиновая оболочка с порошком помещается в жидкость. Данный тип изостатической обработки требуется для получения больших, сложных по форме деталей или в случае, когда необходимо получать большое количество деталей [7].

При сухом изостатическом прессовании, в качестве оболочки выступает непосредственно сам сосуд высокого давления. Данный тип прессования применяется для получения деталей несложной формы и небольших размеров.

Главным преимуществом изостатической обработки является однородность распределения плотности по объему детали, что в дальнейшем оказывает влияние на усадку материала в процессе спекания.

Готовый порошок бериллия поступает к рабочему месту. Требуется засыпать порошок в чехлы и передать на операцию холодного изостатического прессования (ХИП) [7].

Далее необходимо открыть камеру прессования, установить в нее корзину с порошком. Закрывать камеру прессования и подать рабочее давление (250 ± 10 МПа), выполнить прессование порошка в автоматическом режиме.

Конечным результатом холодного изостатического прессования служат готовые изделия в виде плиток, которые используются в международной программе ИТЭР.

4 Практическая часть. Получение порошка бериллия

Технология получения порошков начинается с получения крупнозернистого слитка, который характеризуется низкой пластичностью и малым сопротивлением разрушения. Слиток превращается в стружку на токарном станке и следующим этапом служит дробление стружки в крупку на инерциальной дробилке.

При механической обработке слитков образуется два вида стружки: стружка скалывания и надлома, это происходит из-за хрупкости бериллия по базисной плоскости. Стружка скалывания состоит из отдельных связанных между собой элементов. Обращенная к резцу сторона ее гладкая, а противоположная имеет большие зазубрины. Образуется при обработке с невысокими скоростями резания и значительными подачами резцов, имеющих небольшие передние углы. Стружка надлома состоит из отдельных не связанных или слабо связанных между собой элементов стружки. Обработанная поверхность имеет большие неровности.

Полученные слитки устанавливаются на токарном станке в 3-х кулачковый патрон, для снятия литейной корки. Суть данного вида обработки заключается в том, что на первом этапе с заготовки снимают верхний слой (литейную корку) при помощи режущего инструмента. Токарная обработка проводится для избавления слитка бериллия от загрязнений, в том числе окисленного слоя бериллия после плавки [8].

После снятия литейной корки слиток повторно устанавливают на токарный станок в 3-х кулачковый патрон для получения стружки размером 3-5 мм., с помощью режущего инструмента.

Операция получения крупки выполняет подготовительную функцию, когда требуется довести исходный твёрдый материал (стружку) до гранулометрических показателей, приемлемых для его дальнейшего использования в производственном процессе.

Полученную стружку помещают в конусную инерциальную дробилку для получения крупки бериллия размером 1.5-2.0 мм.

Полученную крупку передают в бокс линии истирания порошка. Крупка загружается в приемный бункер. Линия заполняется аргоном, для создания инертной среды. Далее загруженная крупка, после открытия запорного устройства дозатора, самотеком начинает туда поступать и автоматически заполнит дозатор до заданного уровня. В процессе измельчения уровень крупки в дозаторе будет поддерживаться автоматически до полной выработки крупки.

5 Анализ исследуемого порошка бериллия

Определение массовых долей алюминия, железа, кремния, магния, марганца, меди, никеля, хрома, титана и свинца методом эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой называют способ определения элементного состава вещества по оптическим линейчатым спектрам излучения атомов и ионов анализируемой пробы. Для каждого элемента будут характерны свои специфические линейчатые спектры, которые позволяют определить эти элементы в анализируемой пробе [8].

Атомно-эмиссионный спектральный анализ – является распространённым методом идентификации и количественного определения элементов-примесей в жидких, газообразных и твердых веществах. Главными преимуществами этого метода являются быстрота, высокая чувствительность и возможность одновременного количественного определения большого числа элементов с приемлемой точностью при очень малой массе пробы. Массовую долю

элемента определяют по градуировочной зависимости, установленной с использованием образцов градуировки.

При построении градуировочных графиков для определяемых компонентов проводят измерения трех аналитических сигналов для каждого элемента из градуировочного раствора. Градуировочные растворы измеряют в порядке возрастания массовых долей определяемых элементов. Значения аналитических сигналов (для каждого элемента и каждого раствора) усредняют при помощи программного обеспечения спектрометра автоматически [9].

Метод восстановительного плавления основан на переводе кислорода образца в газовую фазу, в форме окиси углерода при плавлении в вакууме или в среде инертного газа в графитовом тигле. Необходимым условием метода восстановительного плавления является достижение очень низких парциальных давлений выделяющихся газов над расплавом. При этом водород и азот экстрагируются в виде H_2 и N_2 , а кислород, имеющий в анализируемом металле более прочные связи лишь после взаимодействия с углеродом, в основном, в виде CO.

Гранулометрический (механический) анализ – определение размеров и количественного соотношения частиц, слагающих рыхлую горную породу. Самым простым видом гранулометрический анализ является так называемый ситовый анализ. Разделение на фракции частиц породы, которые не проходят через сита с отверстиями 0,25 мм, производят методом отмучивания [10-11].

По результатам эксперимента видно, что содержание примесей в готовом порошке бериллия не изменились, в сравнении со стружкой. Это показывает, что эксперимент прошел удачно, так как не происходило натирания дискоистирателей. Так происходит из-за того, что дискоистиратели изготовлены из бериллия – это дает преимущество почти полностью очистить порошок от различных примесей.

На первой партии мы видим, что при минимальном прижиме дисков содержание кислорода в порошке значительно меньше, по сравнению с требованиями. Так как нам нужно избавиться от окисления, этот результат для

нас это положительный. Также видно, что увеличился средний размер зерна 40,48 мкм, для горячего прессования это слишком большой показатель, но так как на практике показывается, что средний размер зерна должен варьироваться от 24 до 29 мкм. Делаем вывод что первая партия получилась неудачная.

Во время второго эксперимента увеличиваем давление прижима дискоистирателей и уменьшаем скорость газодувки. По результатам видно, что средний размер зерна незначительно уменьшился, но увеличилось содержание кислорода в порошке. Эта партия отбраковывается.

В ходе третьего эксперимента необходимо уменьшить скорость газодувки до 17,4 м/с, а давление прижима дискоистирателей увеличиваем до 0,40 кг/см². Эта партия практически удалась, виден положительный результат. Размер зерна 30,75 мкм, содержание кислорода в порошке 0,64%.

Четвертый эксперимент самый удачный. Параметры для получения такой партии были следующими: скорость газодувки 15,5 м/с, давление прижима дискоистирателей 0,55 кг/см². Данная партия близка к идеалу.

Работая с пятой партией, необходимо было уменьшить скорость газодувки до 13,2 м/с, а давление прижима дисков максимально увеличить. Эта партия оказалась браком. Содержание кислорода в порошке сильно увеличилось, а размер зерна существенно мал.

Заключение. Бериллий является конструкционным материалом 21 века. Имеет уникальные характеристики и свойства, высокую стоимость и низкое содержание в земной коре. Литой бериллий не применяется в качестве конструкционного материала ввиду его хрупкости. Для изготовления изделий из бериллия используют такое направление в машиностроении как порошковая металлургия.

Перспективным направлением использования бериллия является авиакосмическая отрасль, атомная промышленность и оборонная промышленность. Бериллий широко используется в ракетостроении и самолетостроении.

Качество бериллиевых заготовок во многом определяется режимами обработки давлением и однородностью порошка. Неоднородность порошков по размерам частиц и их форме приводит к существенному разбросу физико-механических характеристик по телу заготовки, что не позволяет использовать такие заготовки для получения готовой продукции.

Существующие процессы подготовки порошков не обеспечивают достаточной однородности гранулометрического состава и отличаются трудоемкостью основных вспомогательных операций (дробление, истирание, классификация и др.).

В результате проделанной работы необходимо было получить бериллиевый порошок с наиболее удачными показателями.

Партия 004 является самой удачной и удовлетворяет все требования, содержание кислорода в ней составляет 0,59%, а средний размер зерна 27,47 мкм. Такие показатели были получены экспериментально, подбором наилучших параметров. Результат эксперимента способствуют повышению качества получаемого порошка и следственно заготовки, полученной методом горячего прессования.

Список использованных источников

- 1 Матясова, В. Е. Бериллий. Технология и производство / В. Е. Матясова, Ю. М. Трубаков, Л. Г. Соловьева, Л.С. Кочубеева. – М. : ВНИИХТ, 2020. – 320 с.
- 2 Мальцева, Л. А. Материаловедение: учебное пособие / Л. А. Мальцева, В. И. Гроховский, Т. В. Мальцева. – Екатеринбург : УрФУ, 2014. – 200 с.
- 3 Матвеев, Ю. Н. Технология металлургического производства цветных металлов / Ю. Н. Матвеев, В. С. Стрижко. – М. : Металлургия, 1986. – 368 с.
- 4 Блешинский, С. В. Химия бериллия / С. В. Блешинский, В. Ф. Абрамова, И. Г. Дружинин. – Фрунзе : Академия наук Киргизской ССР, 1995. – 193 с.

- 5 Некрасов, Б. В. Основы общей химии, Т.1 / Б. В. Некрасов. – М. : Химия, 1995. – 518 с.
- 6 Беляев, Р. А. Окись бериллия / Р. А. Беляев. – М. : Атомиздат, 1980. – 221 с.
- 7 Ягодин, Г. А. Технология редких металлов в атомной технике / Г. А. Ягодин, О. А. Синегрибова, А. М. Чекмарев. – М. : Атомиздат, 1974. – 343 с.
- 8 Кийко, В. С. Микроструктура порошков оксида бериллия в процессе технологического передела / В. С. Кийко // Новые огнеупоры. – 2015. – № 12. – С. 34-41.
- 9 Берман, С. И. Медно-бериллиевые сплавы / С. И. Берман. – М. : Металлургия, 1966. – 343 с.
- 10 Гуляев, А. П. Металловедение: учебник для вузов / А. П. Гуляев. – М. : Металлургия, 1986. – 479 с.
- 11 Афонин, В. К. Металлы и сплавы : справочник / В. К. Афонин, [и др.] ; под ред. Ю. П. Солнцева. – СПб. : Профессионал, 2006. – 1089 с.